

**DETAIL****JAPANESE****PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2000-063806

(43)Date of publication of application : 29.02.2000

(51)Int.Cl.

C09K 3/14  
B24B 37/00  
G11B 5/84

(21)Application number : 10-244369

(71)Applicant : OKAMOTO MACHINE TOOL  
WORKS LTD

(22)Date of filing : 17.08.1998

(72)Inventor : YAMADA TSUTOMU

**(54) ABRASIVE SLURRY AND PREPARATION THEREOF****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an abrasive slurry that gives a magnetic head having a flat surface and free of microscratches.

**SOLUTION:** An aqueous abrasive slurry comprises (a) 0.1-10 wt.% abrasive grains having an average grain size of 0.05-1  $\mu\text{m}$ , (b) 0.1-3 wt.% inorganic salt selected from a water-soluble inorganic aluminum salt and a nickel salt and (c) 0.1-3 wt.% water-soluble chelating agent, wherein the content of a chelated aluminum salt or a chelated nickel salt that is difficult to be soluble in water contained in the water-soluble abrasive slurry is not more than 0.1 wt.%.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-63806

(P2000-63806A)

(43) 公開日 平成12年2月29日 (2000.2.29)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	チート (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 3 C 0 5 8
			5 5 0 E 5 D 1 1 2
			5 5 0 Z
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	A
審査請求 未請求 請求項の数 9 F D (全 7 頁)			
(21) 出願番号	特願平10-244369	(71) 出願人	391011102
(22) 出願日	平成10年8月17日 (1998.8.17)		株式会社岡本工作機械製作所
			神奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7番3号
		(72) 発明者	山田 勉
			神奈川県厚木市上依知3009番地 株式会社
			岡本工作機械製作所半導体事業部内
		Fターム (参考)	3C058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17
			5D112 AA02 B406 CA02 GA30

(54) 【発明の名称】 研磨剤スラリーおよびその調製方法

(57) 【要約】

【課題】 表面が平坦で、マイクロスクラッチのない磁気ヘッドを与える研磨剤スラリーの提供。

【解決手段】 (a) 平均粒径が0.05～1 μmの砥粒 0.1～10重量%、(b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩 0.1～3重量%および(c) 水溶性キレート剤 0.1～3重量%を含む水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1重量%以下である研磨剤スラリー。

(2)

特開2000-63806

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒0.1～10重量％、(b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩0.1～3重量％および(c) 水溶性キレート剤0.1～3重量％を含む水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1重量％以下であることを特徴とする研磨剤スラリー。

【請求項2】 無機塩が、アルミニウムまたはニッケルの硝酸塩、塩酸塩、硫酸塩、磷酸塩、チオ硫酸塩より選ばれたものである、請求項1に記載の研磨剤スラリー。

【請求項3】 (b) 無機塩が硝酸アルミニウムであり、(c) キレート剤がエチレンジアミンテトラ酢酸2Na塩またはエチレントリアミンペンタ酢酸Na塩である、請求項1に記載の研磨剤スラリー。

【請求項4】 (a) 砥粒が、酸化アルミニウム、酸化セリウム、単結晶ダイヤモンド、多結晶ダイヤモンド、酸化ケイ素、炭化珪素、酸化クロミウムおよびガラス粉より選ばれた粒子であることを特徴とする、請求項1に記載の研磨剤スラリー。

【請求項5】 水性研磨剤スラリーが、更に(d) 研磨油を0.1～10重量％含有する、請求項1に記載の研磨剤スラリー。

【請求項6】 予め(b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c) 水溶性キレート剤との水溶液を調製し、ついでこれを1日以上放置して析出した水に難溶性の結晶を除去して得た水溶液と(a) 平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合して請求項1に記載の水性研磨剤スラリーを調製する方法。

【請求項7】 予め(b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c) 水溶性キレート剤とを含む水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と(a) 平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合し、ついでこのスラリーに周波数が少なくとも15キロヘルツ以上異なる2種以上の周波数が15～150キロヘルツ(KHz)の超音波を研磨剤スラリー1リットル当たり交互に0.1～5ミリ秒の間隔で延べ10～150分照射して振動を与えた後、該研磨剤スラリーの上澄み液を開き目が20 $\mu$ mの篩(フィルタ)にかけ、篩を通過した研磨剤スラリーを集めることを特徴とする、請求項1に記載の研磨剤スラリーを調製する方法。

【請求項8】 研磨油が、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、フルオニック系非イオン性界面活性剤(エチレンオキシドとプロピレンオキシドの付加反応物)、脂肪酸水

2

リオキシエチレンエステル、ポリオキシエチレン・オキシプロピレンアルキルエーテル、エチレングリコール、テトラメチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコールより選ばれたものである、請求項5に記載の研磨剤スラリー。

【請求項9】 予め(b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c) 水溶性キレート剤とを含む水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と(a) 平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合し、ついでこのスラリーに超音波として、周波数が15～25キロヘルツの超音波と、30～60キロヘルツの超音波、および80～120キロヘルツの3種の超音波を用い、これら周波数の振動を研磨剤スラリー1リットル当たり交互に0.1～5ミリ秒の間隔で延べ10～150分照射して振動を与えることを特徴とする、請求項1に記載の研磨剤スラリーの調製方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、アルミニウム磁気ヘッド基板、アルミニウム磁気ディスク基板、シリコンウエハ、炭化珪素基板等の研磨に適した研磨剤スラリーおよびその調製方法に関する。

【0002】

【従来の技術】例えば、磁気ディスクは、使用に際して高速で回転して磁気ヘッドを浮上させ、磁気ディスクへの記録の音込み、読み出し等を、この磁気ヘッドを介して行う。最近の高密度記録化の要求に対応して磁気ヘッドの浮上高さをより低く抑えることが行われているが、これを実現させるにはヘッド、ディスク表面の平滑性が優れることが要求され、表面粗さを次世代には10オンGSTローム以下とすることが要求されている。

【0003】従来、アルミニウム磁気ヘッド基板の研磨には、平均粒径が0.5～3 $\mu$ m、好ましくは0.5～1.0 $\mu$ mの酸化アルミナ粒子( $\alpha$ -アルミナ、ゾルゲル法で製造された多結晶アルミナ等)の遊離砥粒を水に分散した研磨剤スラリーを用い、磁気ヘッド基板表面を研磨布で研磨する際、研磨剤スラリーを研磨布に含浸させている。しかし、得られる磁気ヘッド基板の表面粗さは15～150オンGSTロームであり、かつ、磁気ヘッド基板の表面にスクラッチが発生する欠点があった。

【0004】このスクラッチの発生原因は、遊離砥粒の酸化アルミナ粒子の調製時に発生する粒径が5 $\mu$ m以上の二次凝集粒子(2～10個の粒子が凝集)または巨大粒子の存在が原因と言われ、スラリー調製時に分散性を良好にし、水性媒体中に分散剤の界面活性剤を配合し、二次凝集粒子を一次粒子の状態にばくす(再分散)こと

(3)

特開2000-63806

3

が提案されている。例えば、特開平10-36818号公報は、下記(A)成分から(D)成分を含み、成分(B)研磨剤の平均粒径が2.0 $\mu$ m以下であり、かつ、一次粒子状態に分散処理されてなるハードディスク基板の研磨剤スラリーを提案する。

【0005】(A)水

(B)研磨剤

(C)研磨速度を向上させるアルミニウム塩類およびニッケル塩類から選ばれた無機塩類、

(D)研磨油(界面活性剤) 全組成物の1~10重量%

この研磨剤スラリーは、二次凝集粒子を界面活性剤(研磨油)を用いて一次粒子に再分散させて調製した当日の使用は、磁気ディスク基板にスクラッチの発生もなく、研磨速度も速いが、研磨剤スラリー調製後、時間の経過につれて(例えば1~3日後)得られるディスク基板にスクラッチの発生が見受けられる。

【0006】本発明者は、その原因を究明したところ、研磨剤スラリー調製後、時間の経過につれて研磨剤スラリーに配合されている無機アルミニウム塩、無機ニッケル塩等の無機金属塩と研磨速度向上の目的の水溶性キレート剤(特開昭62-25187号、特開平5-271647号)がキレート反応(金属交換)を行い、水に難溶性のキレート塩を析出させ、この水難溶性のキレート塩のスラリー中での存在がスクラッチ発生の原因となることを見出した。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、スクラッチがなく、表面粗さが10オングストローム以下のアルミニウム磁気ヘッド基板を与えるのに適した研磨剤スラリーの提供を目的とする。また、本発明は、磁気ディスク、半導体ウエハ用研磨剤スラリーの調製方法の提供を目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の1は、(a)平均粒径が0.05~1 $\mu$ mの砥粒 0.1~10重量%、(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩 0.1~3重量%および(c)水溶性キレート剤 0.1~3重量%を含有する水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1重量%以下である研磨剤スラリーを提供するものである。

【0009】本発明の2は、予め(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレート剤との水溶液を調製し、ついでこれを1日以上放置して析出した水に難溶性の結晶を除去して得た水溶液と(a)平均粒径が0.05~1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合して、(a)平均粒径が0.05~1 $\mu$ mの砥粒 0.1~10重量%、(b)水溶

4

性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩

0.1~3重量%および(c)水溶性キレート剤

0.1~3重量%を含有する水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1重量%以下である研磨剤スラリーを調製する方法を提供するものである。

【0010】本発明の3は、予め(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレート剤とを含有する水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と(a)平均粒径が0.05~1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合し、ついでこのスラリーに周波数が少なくとも15キロヘルツ以上異なる2種以上の周波数が15~150キロヘルツ(KHz)の超音波を研磨剤スラリー 1リットル当たり交互に0.1~5ミリ秒の間隔で延べ10~150分照射して振動を与えた後、該研磨剤スラリーの上澄み液を開き目が20 $\mu$ mの篩(フィルタ)にかけ、篩を通過した研磨剤スラリーを集めることを特徴とする、(a)平均粒径が0.05~1 $\mu$ mの砥粒 0.1~10重量%、

(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩 0.1~3重量%および(c)水溶性キレート剤 0.1~3重量%を含有する水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1重量%以下である研磨剤スラリーを調製する方法を提供するものである。

【0011】

【作用】研磨剤スラリー中には、スクラッチの原因となる水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が、スラリー調製後、1ヶ月経過しても0.1重量%以下になるように抑えられたので、この研磨剤スラリーを用いて研磨されたヘッド基板にスクラッチは見出されない。また、砥粒の平均粒径が0.1~1 $\mu$ mのものをを用いたのでヘッドの平坦性も向上する。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。被研磨物：本発明の研磨剤スラリーは、シリコンウエハ、アルミニウム磁気ディスク基板、アルミニウム磁気ヘッド基板、炭化珪素基板の研磨に用いられる。磁気ヘッド基板の材料としては、アルミニウム・チタンカーボネート合金、磁気ディスク基板の材料としては、アルミニウム合金板、ガラス基板、セラミック基板、炭化珪素基板、およびこれらの基板の上にニッケル・リン層やクロム合金層等、他のテクスチャー層を設けた基板が用いられる。

【0013】砥粒：砥粒としては、酸化アルミニウム、

(4)

特開2000-63806

5

酸化セリウム、単結晶ダイヤモンド、多結晶ダイヤモンド、酸化ケイ素、炭化珪素、酸化クロミウムおよびガラス粉が挙げられ、これら砥粒は平均粒径が0.1～1.0 $\mu$ m、好ましくは0.3～0.5 $\mu$ mの粒子である。研磨剤スラリー中に占める(a)成分の砥粒の含有量は、砥粒の種類、用途により異なるが、0.05～1.0重量%、好ましくは0.1～3重量%である。0.05重量%未満では実用的な研磨速度が得られない。1.0重量%を超えても効果のより向上は望めず、多く用いるのは経済的に不利である。

【0014】水性媒体：分散媒としては、水単独、または水を主成分（分散媒中、70～99重量%）とし、アルコール、グリコール等の水溶性有機溶媒を副成分（1～30重量%）として配合したものが使用できる。水は、0.1 $\mu$ mカートリッジフィルタで濾過して得たでる限り巨大粒子を含まない水が好ましい。アルコールとしては、メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコールが、グリコール類としては、エチレングリコール、テトラメチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール、等が挙げられる。研磨剤スラリー中に占める水性分散媒の含有量は、70～99重量%、好ましくは90～99重量%である。70重量%未満ではスラリーの粘度が高くなり研磨剤スラリーの基板への供給性およびスラリーの貯蔵安定性が悪い。

【0015】水溶性無機金属塩：(b)成分の水溶性アルミニウム無機塩またはニッケル無機塩は、研磨速度の向上に作用する。かかる(b)成分としては、アルミニウムまたはニッケルの硝酸塩、塩酸塩、硫酸塩、磷酸塩、チオ硫酸塩が挙げられる。具体的には、硝酸アルミニウム塩、硝酸ニッケル塩、硫酸アルミニウム塩等である。(b)成分の水溶性無機塩は、研磨剤スラリー中、0.1～3重量%の量用いられる。

【0016】水溶性キレート剤：(c)成分の水溶性キレート剤は、研磨速度の向上、得られるウエハの平坦性向上の目的でスラリー中に添加される。かかる水溶性キレート剤としては、エチレンジアミンテトラアセチックアシッド(EDTA)、エチレンジアミンテトラ酢酸の2ナトリウム塩(EDTA-2)、アミノスルホン酸-N、N-2酢酸アルカリ金属塩、2,2-ジメチルプロパンビスオキサミドのアルカリ金属塩、ジエチレントリアミンペンタ酢酸およびそのナトリウム塩等が挙げられる。(c)成分のキレート剤は、研磨剤スラリー中、0.1～3重量%の量用いられる。

【0017】研磨油：研磨向上剤、砥粒の分散剤の機能を有する(d)成分の研磨油としては、各種界面活性剤、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、

ドとプロピレンオキシドの付加反応物)等が挙げられる。界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、またはアニオン性界面活性剤とノニオン性界面活性剤との併用、アニオン性界面活性剤と両性界面活性剤との併用、カチオン性界面活性剤とノニオン性界面活性剤との併用、カチオン性界面活性剤と両性界面活性剤との併用が挙げられる。界面活性剤の種類は、砥粒の分散性、研磨速度に大きく寄与する。ノニオン性界面活性剤を単独使用したスラリーよりアニオン性界面活性剤を使用したスラリーのほうが研磨速度は速い。また、界面活性剤の中でも、硫酸(S)、リン(P)、塩素(Cl)原子を含む化合物のほうが研磨速度が速い。

【0018】アニオン性界面活性剤：アニオン性界面活性剤としては、パルミチン酸ナトリウム塩、ステアリン酸ナトリウム塩、オレイン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、パルミチン酸ナトリウム・カリウム塩等の金属石鹸；アルキルポリオキシエチレンエーテルカルボン酸塩、アルキルフェニルポリオキシエチレンエーテルカルボン酸塩、硫酸化脂肪酸アルキルエステル、硫酸モノアシルグリセリン塩、第二アルカンスルホン酸塩、N-アシル-N-メチルタウリン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ、アルキルエーテルリン酸、リン酸アルキルポリオキシエチレン塩、燐酸アルキルフェニルポリオキシエチレン塩、ナフタレンスルホン酸ソーダ、ペルフルオロアルキルリン酸エステル、スルホン酸変性シリコンオイル等が挙げられる。

【0019】これらの中でも、金属石鹸、HLBが5以上の、スルホン型アニオン界面活性剤、燐酸エステル型アニオン性界面活性剤、フッ素系または塩素系アニオン性界面活性剤およびこれらの2種以上の併用が好ましい。アニオン性界面活性剤は、スラリー中、0.05～2重量%用いられる。0.05重量%未満では、粒子の分散性が悪く、粒子が沈降しやすい。2重量%を超えても分散性、研磨速度の効果のより向上は望めないし、排水処理の面では少ない方が好ましい。

【0020】ノニオン性界面活性剤：ノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、プルオニック系非イオン性界面活性剤（エチレンオキシドとプロピレンオキシドの付加反応物）、脂肪酸ポリオキシエチレンエステル、脂肪酸ポリオキシエチレンソルビタンエステル、ポリオキシエチレンひまし油、脂肪酸蔗糖エステル、ポリオキシエチレン・オキシプロピレンアルキルエーテル等が挙げられる。具体的には、ジラウリン酸ポリエチレングリコールエステル、トリデシルポリオキシエチレンエーテル、ノニルフェニルポリオキシエチレンエーテル、モノステアリン酸ポリエチレングリコール、等が挙げられる。好ましくは、HLBが10以上の化合物が好ましい。ノニオン性界面活性剤は、0.1～

(5)

特開2000-63806

7

8

10重量%用いられる。

【0021】両性界面活性剤：両性界面活性剤としては、N-アルキルスルホベタイン変性シリコンオイル、N-アルキルニトリロトリ酢酸、N-アルキルジメチルベタイン、 $\alpha$ -トリメチルアンモニオ脂肪酸、N-アルキル $\beta$ -アミノプロピオン酸、N-アルキル $\beta$ -イミノジプロピオン酸塩、N-アルキルオキシメチル-N,N-ジエチルベタイン、2-アルキルイミダゾリン誘導体、N-アルキルスルホベタイン等が挙げられる。アニオン性界面活性剤と、ノニオン性界面活性剤または両性界面活性剤を併用するときは、アニオン性界面活性剤1重量部に対し、ノニオン性界面活性剤または両性界面活性剤0.1～5重量部の割合で用いる。併用により、スラリーの貯蔵安定性が向上する。研磨剤スラリー中に占めるノニオン性界面活性剤または両性界面活性剤の含有量は、0.1～10重量%、好ましくは0.1～5重量%である。0.1重量%未満では研磨剤スラリーの貯蔵安定性の向上に効果がない。10重量%を超えても分散性のより向上は望めない。

【0022】研磨助剤：上記(a)、(b)、(c)および(d)成分、水性分散媒のほかに、他の研磨助剤を配合してもよい。かかる研磨助剤としては、分散助剤、防錆剤、消泡剤、pH調整剤、防かび剤、等が挙げられ、これらは、スラリーの分散貯蔵安定性、研磨速度の向上の目的で加えられる。分散助剤としては、ヘキサメタリン酸ソーダ、オレイン酸、第一リン酸カルシウム等が挙げられる。pH調整剤としては、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、モルホリン、アンモニア水等が挙げられる。防錆剤としてはアルカノールアミン・アルカノールアミンホウ酸縮合物、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ほう酸アルカノールアミン塩、ベンズイソチアゾリン類等の含窒素有機化合物が挙げられる。消泡剤としては、流動パラフィン、ジメチルシリコンオイル、ステアリン酸モノ、ジグリセリド混合物、ソルビタンモノパルミチエート、等が挙げられる。

【0023】研磨剤スラリーの調製：研磨剤スラリーの調製は、例えば次の(1)の方法で調製される。

(1)の予め(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレート剤とを含有する水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と(a)平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合して調製する。

(1)の予め(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレート剤とを含有する水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と

(a)平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒および必要量の水性媒体を混合して得たスラリーに周波数が少なくとも15キロヘルツ以上異なる2種以上の周波数が15～150キロヘルツ(KHz)の超音波を研磨剤スラリー1リットル当たり交互に0.1～5ミリ秒の間隔で延べ10～150分照射して振動を与えた後、該研磨剤スラリーの上澄み液を開き目が20 $\mu$ mの篩(フィルタ)にかけ、篩を通した研磨剤スラリーを築めて、(a)平均粒径が0.05～1 $\mu$ mの砥粒0.1～10重量%、(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩0.1～3重量%および(c)水溶性キレート剤0.1～3重量%を含有する水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1重量%以下である研磨剤スラリーを調製する。

【0024】水溶性のキレート全塩の量は、0.1重量%以下、好ましくは、0.01重量%以下が好ましい。この交互に周波数の異なった超音波を照射することにより、スラリー温度は常温のままか、室温より10℃温度が上がる程度でスラリーを変性することがない。好ましくは、超音波として、周波数が15～25キロヘルツの超音波と、30～60キロヘルツの超音波、および80～120キロヘルツの3種の超音波を用い、これら周波数の振動を研磨剤スラリー1リットル当たり交互に0.1～5ミリ秒の間隔で延べ10～150分研磨剤スラリーに照射して振動を与えることができる。

【0025】超音波の周波数の照射は、低い周波数と高い周波数を交互にスラリーに照射して振動をスラリーに与える。周波数は2種でも、3種でもそれ以上の混合であってもよい。たとえば、24キロヘルツ、40キロヘルツおよび100キロヘルツである。これら周波数の振動を交互に0.1～5ミリ秒づつ、全体で10～150分間となるようスラリーに与える。超音波の用いる周波数および照射時間は、砥粒の平均粒径、粒度分布を考慮し、適宜、実験で確認する。

【0026】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。

#### 実施例1

硝酸アルミニウム0.5重量部およびEDTA-2Na塩0.5重量部を、0.1 $\mu$ mカートリッジフィルタを通過した水95重量部に溶解し、23℃の恒温室に1～5日保管して析出物(透明な結晶)の量を測定した。水溶液に対する結晶の量は、次の通りであった。

1日後	0.189重量%
2日後	0.190重量%
3日後	0.198重量%
4日後	0.203重量%
5日後	0.204重量%

9

【0027】5日経過後、濾過により結晶を水溶液から取り除いた。上記濾液をさらに7日間保管後、該濾液 93.5重量部に、平均粒径 0.5  $\mu\text{m}$  の酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1.0重量部およびポリエチレングリコール（分子量 200） 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤スラリーを調製した。5日経過後、濾過により水に溶解しない結晶を水溶液から取り除いた。濾液 93.5重量部に、平均粒径 0.5  $\mu\text{m}$  の酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1.0重量部およびポリエチレングリコール（分子量 300） 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤スラリーを調製した。

【0028】このようにして得た研磨剤スラリーを回転ロールの表面に塗装した研磨布に視通させ、このロールを円筒状アルミニウム・チタン酸カリ合金の表面（表面粗さRa 26オングストローム）に押し当て、ロールの回転と、アルミニウム・チタン酸カリ合金の回転を次の条件で行って、合金（ヘッド）の研磨を行った。

ヘッドの回転数 800 r.p.m.  
研磨布押圧力 2.0 Kg  
ロール回転数 1300 r.p.m.  
研磨時間 8秒

【0029】研磨後の合金の表面粗さを表面粗さ計（小松製作所製ET30HK：商品名）により、測定長 0.25mm、スタイラス 0.5  $\mu\text{m}$  R、荷重 3mg、200mm/秒のスピードで測定したところ、10オングストローム（Ra）であった。また、レーザー光による表面欠陥解析装置で合金の表面を測定し、幅1~3  $\mu\text{m}$ 、長さ20  $\mu\text{m}$ 以下のスクラッチの数を測定したところ、マイクロスクラッチは検出されなかった。

#### 【0030】実施例2

硝酸アルミニウム 0.5重量部およびEDTA-2Na塩 0.5重量部を、0.1  $\mu\text{m}$ カートリッジフィルタを通過した水 95重量部に溶解し、23℃の恒温室に1~5日保管し硝酸アルミニウム 0.5重量部およびEDTA-2Na塩 0.5重量部を、0.1  $\mu\text{m}$ カートリッジフィルタを通過した水 95重量部に溶解し、23℃の恒温室に5日保管した後、濾過により析出した水に溶解しない結晶を水溶液から取り除いた。

【0031】上記濾液 93.5重量部に、平均粒径 0.5  $\mu\text{m}$  の酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1.0重量部およびポリエチレングリコール（分子量 300） 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤スラリーを調製した。このようにして得た研磨剤スラリー1リットルに、24キロヘルツの超音波を5ミリ秒、ついで40キロヘルツの超音波を5ミリ秒、100キロヘルツの超音波を5ミリ秒照射し、以下、この3種の波

(6)

特開2000-63806

10

長の異なった超音波を5ミリ秒ずつ照射する工程を合計時間が30分となるよう照射した後、このスラリーを5分間静置し、ついでこのスラリーの上方側0.95リットルを開き目が20  $\mu\text{m}$ 篩に1回パスした濾液を集め、これを研磨剤スラリーとして用いた。以下、実施例1と同様にしてアルミニウム酸ヘッド基板の研磨を行ったところ、ヘッドの表面平滑度は8オングストローム（Ra）であり、マイクロスクラッチは見出されなかった。

#### 【0032】比較例1

硝酸アルミニウム 0.5重量部、EDTA-2Na塩 0.5重量部、0.1  $\mu\text{m}$ カートリッジフィルタを通過した水 93.5重量部に溶解し、ついでこれに、平均粒径 0.5  $\mu\text{m}$  の酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1.0重量部およびポリエチレングリコール（分子量 300） 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤スラリーを調製した。このようにして得た研磨剤スラリーを3日保管し、これを研磨剤スラリーとして用いる。以下、実施例1と同様にしてアルミニウム酸ヘッド基板の研磨を行ったところ、ヘッドの平坦度は12オングストロームであり、20  $\mu\text{m}$ 以上のスクラッチが3本あった。

#### 【0033】実施例3

硝酸アルミニウム 0.5重量部、ジエチレントリアミンペンタ酢酸Na塩 0.5重量部、0.1  $\mu\text{m}$ カートリッジフィルタを通過した水 93.5重量部に溶解し、ついでこれを5日間保管した。水溶液に対する析出した結晶の量は、次の通りであった。

1日後 0.192重量%  
2日後 0.197重量%  
3日後 0.204重量%  
4日後 0.204重量%  
5日後 0.204重量%

【0034】この水溶液92重量部に、平均粒径 0.5  $\mu\text{m}$  の酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1.0重量部およびポリエチレングリコール（分子量 200） 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤スラリーを調製した。このようにして得た研磨剤スラリー1リットルに、24キロヘルツの超音波を5ミリ秒、ついで40キロヘルツの超音波を5ミリ秒、100キロヘルツの超音波を5ミリ秒照射し、以下、この3種の波長の異なった超音波を5ミリ秒ずつ照射する工程を合計時間が30分となるよう照射した後、このスラリーを5分間静置し、ついでこのスラリーの上方側0.95リットルを開き目が20  $\mu\text{m}$ 篩に1回パスした濾液を集め、これを研磨剤スラリー（ジエチレントリアミンペンタ酢酸のA1塩は、0.00重量%）として用い、以下、実施例1と同様にしてアルミニウム酸ヘッド基板の研磨を行っ

50

11

たところ、ヘッドの平滑度は、9オングストロームで、マイクロクラッチは見い出されなかった。

【0035】実施例4

硝酸ニッケル 0.6重量部およびEDTA-2Na塩

0.6重量部を、0.1 $\mu$ mカートリッジフィルタを

通過した水 94.8重量部に溶解し、23℃の恒温室

に5日保管した。5日経過後、濾過により結晶を水溶液

から取り除いた。濾液 93.5重量部に、平均粒径

0.5 $\mu$ mの酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラ

ウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1.0

重量部およびポリエチレングリコール（分子重 20

0） 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤

スラリーを調製した。

【0036】このようにして得た研磨剤スラリー1リッ

トルに、24キロヘルツの超音波を5ミリ秒、ついで4

(7)

特開2000-63806

12

0キロヘルツの超音波を5ミリ秒、100キロヘルツの超音波を5ミリ秒照射し、以下、この3種の波長の異なる超音波を5ミリ秒ずつ照射する工程を合計時間が30分となるよう照射した後、このスラリーを5分間静置し、ついでこのスラリーの上方側0.95リットルを開き目が20 $\mu$ m篩に1回パスした濾液を集め、これを研磨剤スラリーとして用い、以下、実施例1と同様にしてアルミニウム磁気ヘッド基板の研磨を行ったところ、ヘッドの表面平滑度は8オングストローム（Ra）であり、マイクロクラッチは見い出されなかった。

【0037】

【発明の効果】本発明の研磨剤スラリーは、表面が平坦でスクラッチのないアルミニウム製磁気ヘッドを与える。